

(19) KOREAN INTELLECTUAL PROPERTY OFFICE

## KOREAN PATENT ABSTRACTS

(11)Publication number: 1020000010061 A  
 (43)Date of publication of application:  
 15.02.2000

(21)Application number: 1019980030759  
 (22)Date of filing: 30.07.1998

(71)Applicant:  
 (72)Inventor:

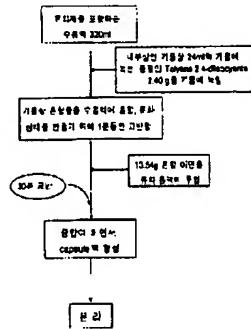
KOREA INSTITUTE OF  
 ENERGY RESEARCH  
 HONG, JAE CHANG  
 KIM, CHEOL AM  
 KIM, JAE HO  
 KIM, YONG GU  
 LEE, JAE GU  
 PARK, TAE JUN

(51)Int. Cl C08G 18 /08

## (54) PRODUCTION PROCESS OF MICROCAPSULE BY SURFACE POLYMERIZATION METHOD

## (57) Abstract:

PURPOSE: Microcapsule is proposed as a high molecular substance to have elasticity and durability for a material which shows great change of heat capacity in phase transition to store and transmit heat.  
 CONSTITUTION: In the microcapsule production process, 320ml of 0.3wt% Tween 80 aqueous solution is mixed with 24ml tetradecone and 2.4g TDI to prepare mixed oil solution. This solution is disseminated to produce an emulsification solution. After 5 minutes stirring, 4.27–11.39g DETA and 5.39–6.80G TETA are added and stirred for 30 minutes at normal temperature to make capsule wall. To adjust physical properties of capsule wall, the ratio between triamine and tetramine is kept as 1:0.5–1:4.



COPYRIGHT 2000 KIPO

## Legal Status

Date of request for an examination (19980730)  
 Notification date of refusal decision (00000000)  
 Final disposal of an application (registration)  
 Date of final disposal of an application (20000731)  
 Patent registration number (1002726160000)  
 Date of registration (20000828)

Number of opposition against the grant of a patent ( )

Date of opposition against the grant of a patent (00000000)

Number of trial against decision to refuse ( )

Date of requesting trial against decision to refuse ( )

공개특허특2000-0010061

(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 공개특허공보(A)(51) Int. Cl. <sup>6</sup>  
C08G 18/08(11) 공개번호 특2000-0010061  
(43) 공개일자 2000년02월15일(21) 출원번호 10-1998-0030759  
(22) 출원일자 1998년07월30일

(71) 출원인 한국에너지기술연구소 최수현  
대전광역시 유성구 장동 71-2

(72) 발명자 이재구  
대전광역시 서구 월평동 222 한아름아파트 106-205  
김재호  
대전광역시 동구 자양동 201 동아아파트 105-903  
박태준  
대전광역시 유성구 도룡동 381-27  
홍재창  
대전광역시 유성구 어은동 99번지 한빛아파트 105동 303호  
김용구  
대전광역시 유성구 전민동 청구나래아파트 110동 1403호  
김철암  
제주도 북제주군 구좌읍 평대리 98

(74) 대리인 김경식  
심사청구 : 있음

## (54) 계면중합법에 의한 마이크로캡슐의 제조방법

**요약**

본 발명은 계면중합법에 의한 마이크로캡슐의 제조방법에 관한 것으로, 특히 열저장과 열수송을 위하여 상변화시 열용량의 변화가 큰 물질을 신축성 및 내구성을 지닌 고분자 물질로 Microcapsule화 하여 냉난방 시스템에 이용될 수 있는 물질을 합성 제조하는 방법에 관한 것이다.

본 발명의 제조방법을 보면 Triamine과 tetramine의 혼합물에 toluene 2, 6-diisocyanate를 축중합하는 방법으로 폴리우레아를 캡슐의 벽으로 하는 마이크로 캡슐을 만들어, 두 아민의 혼합비율에 따라 capsule wall의 porosity를 조절하는 것으로 내부물질의 확산을 최소화하는 것을 목적으로 하여 반응후 1~50 $\mu$ m의 마이크로캡슐을 제조할 수 있는 방법이다.

**대표도  
도1****명세서****도면의 간단한 설명**

도 1은 본 발명의 계면중합법에 의한 마이크로캡슐 제조 공정도,  
도 2는 종래 In-situ 방법에 의해 제조된 마이크로캡슐,

도 3은 본 발명 계면중합법에 의해 제조된 마이크로캡슐이다.

### 발명의 상세한 설명

#### 발명의 목적

##### 발명이 속하는 기술 및 그 분야 종래기술

본 발명은 계면중합법에 의한 마이크로캡슐의 제조방법에 관한 것으로, 특히 고분자를 중합하는 유화중합의 방법을 응용하여 기름에 녹는 소수성물질과 물에 녹는 친수성 물질간의 중합이 파라핀류의 기름방울과 물과의 계면에서 일어나게 하는 계면중합에 의한 상전이 물질을 마이크로캡슐화 하여 고효율의 열저장을 위한 난방 및 냉방에 필요한 잠열 미립자 캡슐의 물성을 쉽게 조절할 수 있는 마이크로캡슐을 제조하는 방법에 관한 것이다.

잠열 물질의 마이크로캡슐(microcapsule)화 분야에서의 관심사는 1~100 $\mu\text{m}$ 크기의 미세화된 상전이 물질을 내부 상(phase)으로 하여 신축성이 강한 여러 고분자 물질을 이용하여 마이크로캡슐화하여, 잠열물질의 높은 잠열을 이용하고 미세대류에 의한 열효율을 증대시키기 위한 것을 주목적으로 하고 있다.

미세화한 잠열물질을 이용한 열교환 방식은 현열 뿐만 아니라 잠열을 이용하고 작동유체에 포함된 마이크로캡슐에 의해 유체내의 미세대류 효과를 증대시켜 열전달 효율을 향상, 측진시킬 수 있는 효과를 얻을 수 있는 장점을 지니고 있다.

이러한 잠열물질을 작동유체와 균일 혼합하여 일정한 열전달과 유체내에서 이송을 원활하게 하는 방법으로 대두되는 가장 효과적인 방법이 마이크로캡슐화하는 방법이다.

액체를 캡슐화하는 방법은 주로 제약, 식품분야에서 주로 응용되며 현재까지 개발된 캡슐화 방법은 여러 가지가 있는데 그 중에서 많이 적용되는 것이 계면중합, in-situ 중합과 상분리 방법이다.

현재까지 액상물질의 마이크로캡슐화 방법으로 이용되고 있는 in-situ 방법은 캡슐을 한번에 대량으로 만들 수 있는 장점이 있지만 반응시간이 오래 걸리고, 캡슐을 만드는 반응온도가 사용하는 물질의 경화온도에 따라 달라지는데 보통 상온 이상으로 반응온도가 높아서 온도조절을 위한 추가비용이 요구된다.

그리고 첨가되는 반응물과 첨가물의 수가 많으며, 가장 중요한 마이크로캡슐의 크기를 조절하기가 쉽지 않다는 단점이 있다.

##### 발명이 이루고자 하는 기술적 과제

상기와 같은 문제점을 해결하기 위한 본 발명의 목적은 고분자를 중합하는 유화중합의 방법을 응용하여 기름에 녹는 소수성물질과 물에 녹는 친수성 물질간의 중합이 파라핀류의 기름방울과 물과의 계면에서 일어나게 하는 계면중합에 의한 상전이 물질을 마이크로캡슐화 하여 고효율의 열저장을 위한 난방 및 냉방에 필요한 잠열 미립자 캡슐의 물성을 쉽게 조절할 수 있는 마이크로캡슐의 제조방법을 개발하는데 있다.

상기와 같은 본 발명의 목적은 마이크로캡슐을 제조하는 방법에 있어서,

0.3wt% Tween 80 수용액 320mL에 내부상인 Tetradecane을 24mL에 TDI 2.4g을 첨가하여 만든 혼합용액을 분산시키며, 교반을 5분 동안 한 후 준비된 DETA(4.27g~11.39g)과 TETA (5.39g ~ 6.80g)를 교반 속도를 유지하면서 첨가하여 30분 동안 상온상에서 반응시켜 캡슐벽을 형성시키되, 캡슐벽의 물성을 조절하기 위하여 3가/4가 아민혼합물 중 두 아민(triamine/tetramine)의 비가 1:0.5 ~ 1:4인 것을 특징으로 하는 계면중합법에 의한 마이크로캡슐의 제조방법을 제공함으로써 달성된다.

### 발명의 구성 및 작용

상기한 바와 같은 목적을 달성하고 종래의 결점을 제거하기 위한 과제를 수행하는 본 발명의 실시예인 구성과 그 작용을 첨부도면에 연계시켜 상세히 설명하면 다음과 같다.

도 1은 본 발명의 계면중합법에 의한 마이크로캡슐 제조 공정도인데, 이중벽의 반응기를 사용하였으며, 들어가는 종류수와 기름상의 부피비는 5:1을 유지한다.

벽을 생성하는 두 개의 물질인 isocyanate와 amine은 그 혼합비율에 따라서 캡슐의 투과성이 결정되며, 중합 반응은 상온에서 실시하였다.

본 발명은 마이크로캡슐을 제조하는 방법에 있어서,

비 이온성 계면활성제 중의 하나인 polyoxyethylene (20) sorbitan monooleate(상품명 Tween 80)의 임계마이셀 농도가 약 0.1 wt%에서 나타나므로, 0.3wt% Tween 80 수용액 320mL는 충분히 유화(emulsion)용액을 만들 수 있다. 따라서 0.3 wt% Tween 80 수용액 320mL를 준비하고, 내부상인 파라핀류의 기름(Tetradecane)을 24mL에 TDI(tolyene 2,4-diisocyanate, tolyene 2,6-diisocyanate) 2.4g를 첨가하여 수용액에 분산시키며, 교반을 5분 동안 실시하여 유화 상태로 만든다. 그 후 준비된 DETA(diethylene triamine) (4.27g ~ 11.39g)과 TETA (triethylene tetramine) (5.39g ~ 6.80g)를 교반 속도를 유지하면서 첨가하여 30분 동안 상온상에서 반응시켜 캡슐벽을 형성시키되, 캡슐벽의 물성을 조절하기 위하여 3가/4가 아민혼합률중 두 아민의 비가 1:0.5 ~ 1:4로 이루어진다.

아래의 실시예는 마이크로캡슐을 제조하는 대표적인 공정들이다.

#### 실시예 1

- 교반과 항온을 유지할수 있는 1ℓ들이 이중 반응기를 준비한다.

이 반응기에 다음과 같은 반응물들을 부가하고 상온상에서 반응을 진행한다.

- ① 0.3wt% Tween 80 수용액 320mL를 준비한다.
- ② Tetradecane 24mL에 TDI 2.4g를 첨가하여 혼합용액을 만든다.
- ③ DETA 5.16g과 TETA 5.39g를 만든다.
- ④ ②의 혼합액을 ①에 분산시키며, 교반(stirring)을 5분 동안 한다.
- ⑤ ③의 혼합액을 ④에 교반 속도를 유지하면서 첨가하여 30분 동안 반응을 시킨다.

#### 실시예 2

- ① 0.3wt% Tween 80 수용액 320mL를 준비한다.
- ② Tetradecane 24mL에 TDI 2.4g를 첨가하여 혼합용액을 만든다.
- ③ DETA 4.27g 과 TETA 6.80g의 혼합물을 만든다.
- ④ ②의 혼합액을 ①에 분산시키며, 교반을 5분 동안 한다.
- ⑤ ③의 혼합액을 ④에 교반 속도를 유지하면서 첨가하여 30분 동안 반응을 시킨다.

#### 실시예 3

- ① 0.3wt% Tween 80 수용액 320mL를 준비한다.

- ② Tetradecane 24mℓ에 TDI 2.4g을 첨가하여 혼합용액을 만든다.
- ③ DETA 8.54g을 만든다.
- ④ ②의 혼합액을 ①에 분산시키며, 교반을 5분 동안 한다.
- ⑤ ③의 혼합액을 ④에 교반 속도를 유지하면서 첨가하여 30분 동안 반응을 시킨다.

#### 실시예 4

- ① 0.3wt% Tween 80 수용액 320mℓ를 준비한다.
- ② Tetradecane 24mℓ에 TDI 2.4g을 첨가하여 혼합용액을 만든다.
- ③ DETA 5.70g을 만든다.
- ④ ②의 혼합액을 ①에 분산시키며, 교반을 5분 동안 한다.
- ⑤ ③의 혼합액을 ④에 교반 속도를 유지하면서 첨가하여 30분 동안 반응을 시킨다.

#### 실시예 5

- ① 0.3wt% Tween 80 수용액 320mℓ를 준비한다.
- ② Tetradecane 24mℓ에 TDI 2.4g을 첨가하여 혼합용액을 만든다.
- ③ DETA 11.39g을 만든다.
- ④ ②의 혼합액을 ①에 분산시키며, 교반을 5분 동안 한다.
- ⑤ ③의 혼합액을 ④에 교반 속도를 유지하면서 첨가하여 30분 동안 반응을 시킨다.

#### 발명의 효과

상기와 같은 본 발명 계면증합에 의한 마이크로캡슐화는 반응계의 부피가 크다는 불리한 점은 있지만, 반응시간이 짧고, 캡슐을 만드는 반응계가 유화용액에 기초를 두고 있으므로 상온에서 반응을 하며, 쉽게 생성되는 캡슐의 크기를 조절할 수 있는 등의 장점이 있고, 또한 반응물을 쉽게 교체할 수 있으므로 캡슐의 물성을 쉽게 조정할 수 있는 추가 장점을 지니고 있다.

그리고 종래 in-situ 종합으로 만들어진 캡슐은 도 2에 도시되어 있는 바와같이 표면의 모양이 불규칙스러운 면이 있지만 전자현미경 사진 판독 결과 본 발명의 계면증합에 의한 만들어진 캡슐은 마이크로캡슐의 두께와 내부상의 확산 계수를 다르게 하는 효과가 있어서 그 구조가 도 3에 도시된 바와 같이 매끄러운 표면을 가지고 있다는 장점이 있다.

상기와 같은 장점은 작동유체내에서 유동시 캡슐과 캡슐, 캡슐과 배관과의 상호작용으로 인한 파괴를 줄여주고, 쉽게 캡슐의 크기를 조절할 수 있는 등의 장점이 있다.

#### (57)청구의 범위

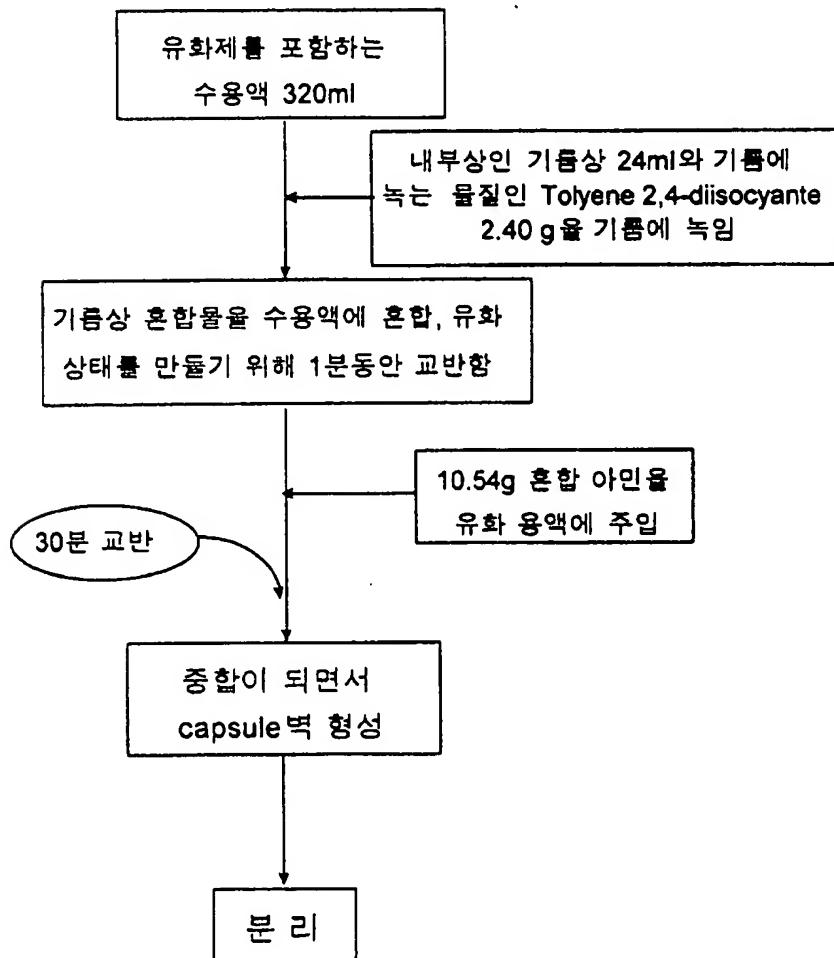
청구항1

マイクロ캡슐을 제조하는 방법에 있어서,

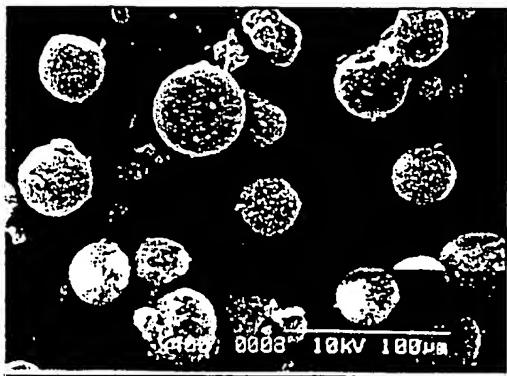
0.3wt% Tween 80 수용액 320ml에 잠엽률질인 내부상 기름(Tetradecane)을 24ml에 TDI 2.4g을 첨가하여 만든 혼합 기름용액을 분산시켜 유화용액을 만들며, 교반을 5분 동안 한 후 준비된 DETA(4.27g ~ 11.39g)과 TETA (5.39g ~ 6.80g)의 혼합물을 교반 속도를 유지하면서 첨가하여 30분 동안 상온상에서 반응시켜 캡슐벽을 형성시키되, 캡슐벽의 물성을 조절하기 위하여 3가/4가 아민혼합물을 중 두 아민(triamine/tetramine)의 비가 1:0.5 ~ 1:4인 것을 특징으로 하는 계면증합법에 의한 마이크로캡슐의 제조방법.

도면

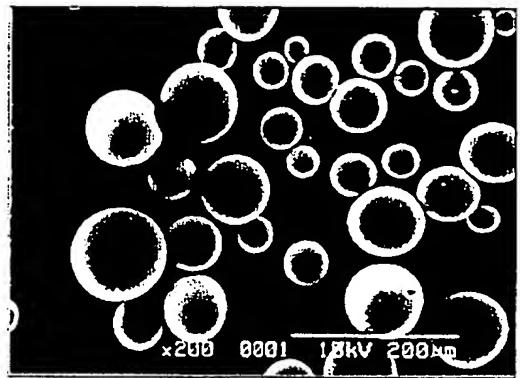
도면1



도면2



도면3



BEST AVAILABLE COPY